

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

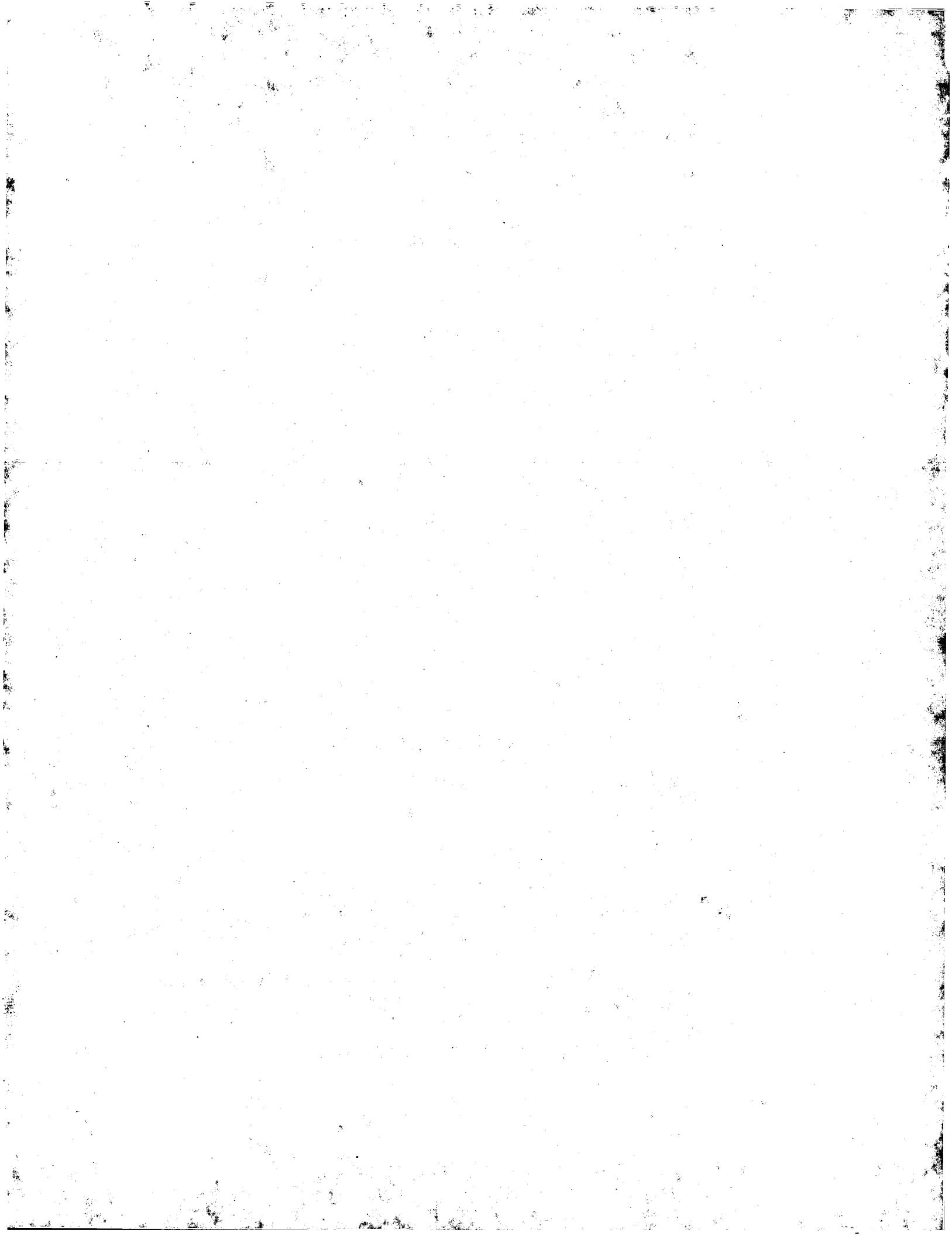
Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



(19) BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

(12) **Offenlegungsschrift**

(11) **DE 3632350 A1**

(51) Int. Cl. 4:

**B01D 13/02**

B 01 D 35/06

// C05G 1/00

Behördeneigentum

(21) Aktenzeichen: P 36 32 350.0  
(22) Anmeldetag: 24. 9. 86  
(23) Offenlegungstag: 31. 3. 88

(71) Anmelder:

Koop, Winfried, 6300 Gießen, DE

(72) Erfinder:

gleich' Anmelder

(54) Verfahren zur Durchführung der Elektro-Ultrafiltration (EUF)

**DE 3632350 A1**

**DE 3632350 A1**

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Durchführung der als Elektro-Ultrafiltration bezeichneten Extraktion von Ionen aus der Suspension einer Bodenprobe oder ähnlichem unter Einfluß eines zwischen Anode 13 und Kathode 14 angelegten starken elektrischen Feldes mit anschließend jeweils für Anodenseite und Kathodenseite getrennt durchgeföhrter Filtration durch semipermeable Membranen 29, wobei die Filtration durch Unterdruck in den Räumen 11 und 12 jenseits der semipermeablen Membranen 29 unterstützt oder aufrechterhalten wird, dadurch gekennzeichnet, daß die jeweils im Anödenbereich 15 und im Kathodenbereich 16 abgesaugte Flüssigkeitsmenge pro Zeit mit Hilfe eines Durchflußgeschwindigkeits-Regelsystems über Veränderung des jeweiligen Unterdruckes in den Teilräumen 11 und 12 konstant gehalten wird, oder seine Schwankungsbreite innerhalb minimaler und maximaler Grenzwerte eingeschränkt wird.

2. Verfahren zur Durchführung der Elektro-Ultrafiltration nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die pro Zeiteinheit abgesaugte Flüssigkeitsmenge als Regelgröße in Gestalt der Anzahl der von der Seitenzelle 15 oder 16 in den Sammelbehälter 17 gelangenden Tropfen, indem sie ein vorzugsweise nach einem photoelektrischen Prinzip reagierendes Sensor-System 7 passieren und von diesem tropfenweise in Zählimpulse umgewandelt werden, in Beziehung zu der Zeit, in der die erfaßte Anzahl von Tropfen das Sensorsystem passiert, erfaßt wird.

3. Verfahren zur Durchführung der Elektro-Ultrafiltration nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Zählimpulse über ein Mikrofon 36 von dem Ton ausgelöst werden, den die Tropfen 8 beim Eintauchen in die bereits gesammelte Flüssigkeit 9 oder, falls sich noch keine Flüssigkeit angesammelt hat, beim Auftreffen auf den Grund der Sammelbirne 17, erzeugen.

4. Verfahren zur Durchführung der Elektro-Ultrafiltration nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die pro Zeiteinheit abgesaugte Flüssigkeitsmenge als Regelgröße aus der Messung der Volumina der Einzeltropfen sowie der Zeit, in der aus dem Volumen der Einzeltropfen errechnete Flüssigkeitsmengen das Überleitungsrohr 6 passieren, bestimmt wird, wobei die Volumina der Einzeltropfen dadurch erfaßt wird, daß die Tropfen 8 von dem Rohr 6 von vorzugsweise optisch durchsichtigem Material aufgefangen und in diesem nacheinander an zwei vorzugsweise nach einem photoelektrischen Prinzip reagierenden Sensorsystem 7 vorbeigeleitet werden, die beim Passieren der Tropfen 8 elektrische Impulse zur Steuerung der elektronischen Zeitmessung an das Rechenwerk 3 abgeben zur Erfassung der Zeit, die jeweils ein Tropfen 8 zum Passieren von einem der beiden Sensoren 7, vorzugsweise des ersten, benötigt, und der Zeit, die derselbe Tropfen benötigt, um die Strecke zwischen den beiden Sensoren zurückzulegen, so daß in dem Rechenwerk 7 nach Erfassung dieser beiden Zeiten nach der Formel

Tropfenvolumen = Zeit  $t_1$  zum Passieren des Tropfens 8 an einem der beiden Sensoren 7 mal Strecke zwischen den beiden Sensoren mal innerer

Radius des Rohres zum Quadrat mal Kreiszahl pi geteilt durch die Zeit  $t_2$ , die der Tropfen 8 für die Strecke zwischen den beiden Sensoren 7 benötigt

die Volumina der hindurchlaufenden Tropfen berechnet werden können.

5. Verfahren zur Durchführung der Elektro-Ultrafiltration nach den Ansprüchen 1 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß die pro Zeiteinheit abgesaugte Flüssigkeitsmenge als Regelgröße nicht über die Berechnung der Einzeltropfenvolumina bestimmt wird, sondern über die Berechnung von Teilgrößen aus den Parametern  $t_1$  und  $t_2$ , wobei diese Teilgrößen direkt oder nach Transformation proportional oder annähernd proportional zu den Einzeltropfenvolumina sind.

6. Verfahren zur Durchführung der Elektro-Ultrafiltration nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die pro Zeiteinheit abgesaugte Flüssigkeitsmenge als Regelgröße durch Messung der Veränderung des Flüssigkeitsstandes in den Sammelbehältern 17 nach bekannten Flüssigkeitsstand-Meßverfahren erfaßt wird.

7. Verfahren zur Durchführung der Elektro-Ultrafiltration nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die kontinuierlich abgesaugte Flüssigkeitsmenge mit Hilfe eines Tropfenformers 10 zu diskreten Tropfen 8 geformt wird, bevor sie in das Überleitungsrohr 6 gelangen, das an den Sensorsystemen 7 vorbeileitet.

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung insbesonders der pflanzenverfügbaren Nährionen in einer Bodensuspension. Einsatzbereich ist die chemische Bodenanalytik, wie sie insbesonders in der ökologischen und landwirtschaftlichen Forschung, sowie in der Dünngungsberatung in der Praxis des Pflanzenbaus zum Einsatz kommt.

Bekannt und im Einsatz sind Vorrichtungen die nach dem Prinzip der Elektro-Ultrafiltration funktionieren. Dabei wird die in der Mittelzelle 23 befindliche Bodensuspension einem elektrischen Potential ausgesetzt. Zwischen Anode 13 und Kathode 14 baut sich nach Anlegen einer starken elektrischen Spannung ein starkes elektrisches Feld auf, aufgrund dessen die aus der Suspension in Lösung gehenden Ionen entsprechend ihrer Ladung entweder in Richtung der Anode 13 oder der Kathode 14 wandern. In der Nähe dieser Elektroden reichern sie sich an. In den Bereichen 11 und 12, die sich beginnend mit den Seitenzellen 15 und 16 bis zu den Auffangbirnen 17 erstrecken, herrscht Unterdruck. Dem Druckgefälle folgend tritt die Suspensionsflüssigkeit zusammen mit den darin gelösten und in Elektrodennähe angereicherten Nährstoffen selektiv durch die semipermeable Membran 29 aus der Mittelzelle 23 heraus in die Seitenzellen 15 und 16. Von da aus gelangt sie über das Zwischenstück 8 in die Auffangbirnen 17. Ist der Extraktionsvorgang beendet, so geben die elektromagnetisch gesteuerten Ventile 22 die sich bis dahin in den Auffangbirnen 17 gesammelte Flüssigkeit 9 frei an die Probegläschen 20. Zum Schluß werden die Bereiche 11 und 12 mit Hilfe von destilliertem Wasser nachgespült, das über die ebenfalls elektromagnetisch freigebenden Ventile 21 eingeführt wird. Nachfolgend werden die in den Probegläschen 20 gewonnenen Extraktionsvolumina auf die in ihnen enthaltenen Nährstoffe nach

## Art und Menge analysiert.

Der Vorteil dieses Verfahrens gegenüber chemischen und mechanischen Extraktionsmethoden besteht darin, daß die auf diese Weise gewonnenen Mengen an Nährstoffen je nach eingestellter elektrischer Spannung und über den Heizstab 26 eingeregelte Temperatur eng mit den von der Pflanze ausgenutzten Nährstoffmengen korrelieren. Die beschriebene Vorrichtung hat sich deswegen insbesondere in der Praxis der Düngereberatung gegenüber den anderen Extraktionsmöglichkeiten als überlegen erwiesen.

Aufgrund eines schwerwiegenden Nachteils ist jedoch die Reproduzierbarkeit der mit Hilfe von EUF gewonnenen Daten entscheidend eingeschränkt. Die extrahierten Nährstoffmengen hängen nämlich wesentlich von der aus der Zwischenzelle 29 abgesaugten Menge Flüssigkeit ab, in der die Nährionen gelöst sind. Diese wird von dem in den Bereichen 11 und 12 jeweils herrschenden Unterdruck, sowie von vielen anderen Faktoren bestimmt, wie z. B. der Temperatur der Flüssigkeit und der Raumtemperatur. Diese Einflüsse unterliegen kleinen, oft in einseitige Richtung gehenden Veränderungen. Sie verändern das Ergebnis, da sie Fließ- und Diffusionseigenschaften von Ionen und der Flüssigkeit beeinflussen. So kommt es zum Beispiel dazu, daß sich nachmittags gewonnene Daten nicht mehr mit den vormittags gewonnenen Daten vergleichen lassen, da sich inzwischen die Raumtemperatur zu höheren Werten hin verschoben hat. Untersuchungen haben ergeben, daß Schwankungen in den Analysenergebnissen sehr eng mit Schwankungen der während der Extraktionszeit gewonnenen Eluatmengen korrelieren.

Erfindungsgemäß wird dieser Nachteil dadurch verhindert, daß die pro Zeiteinheit extrahierte Menge an Eluat über das System einer Durchflußmengen-Regelung konstant gehalten wird. Dadurch lassen sich Schwankungen der Analysenergebnisse ausschalten. Die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse ist somit gewährleistet.

Als Stellgröße des Regelsystems dient der in den Bereichen 11 und 12 jeweils separat gesteuerte Unterdruck (Fig. 1, jeweils in den schraffiert eingegrenzten Bereichen). Er ist die Ursache dafür, daß überhaupt mit den zu extrahierenden Nährionen beladene Flüssigkeitsmengen durch die semipermeable Membran 13 hindurchtreten. Des Weiteren bestimmt seine Höhe ihre Fließgeschwindigkeiten.

Als Regelgröße dient die in dem Überleitungsrohr 6 gemessene Durchflußmenge pro Zeit. Dabei ist entweder das Durchflußvolumen selbst zu erfassen, oder bei ähnlichen Bodenarten die Anzahl der hindurchtretenden Tropfen. Letzteres vereinfacht zwar die Messung der Regelgröße, setzt jedoch eine konstante Tropfengröße voraus. Diese Bedingung ist jedoch nur in Sonderfällen gegeben, da sich die Tropfengröße in der Regel während der Extraktionszeit und mit dem Tonanteil und anderen Bodeneigenschaften ändern kann.

Zur Erfassung der Regelgröße eignet sich am besten das beschriebene opto-elektronische Verfahren. Jedoch verändert die Verwendung anderer Meßtechniken, wie zum Beispiel kapazitiver oder induktiver Art sowie über die Ausnutzung anderer als die beschriebenen Eigenschaften des durch am Meßort durch die Flüssigkeit hindurchtretenden Lichtes, wie zum Beispiel Phasenänderung oder gar die Änderung der Polarisationseigenschaften, den Charakter der Erfindung nicht.

## Bau- und Funktionsbeschreibung

Fig. 1 zeigt schematisch die Zuordnung der Bauteile des Regelsystems zu den anderen Elementen der Aparatur. Die Extraktion als solche vollzieht sich in den Teilen des oberen EUF-Blocks, der sich aus der Zwischenzelle 23 mit Rührwerk 24, dem Einfüllstutzen 25 für vorzugsweise destilliertes Wasser, dem Heizstab 26 und dem Thermosensor 27, des Weiteren den semipermeablen Membranen 29, Anode 13, Kathode 14 und den beiden Seitenzellen 15 und 16 zusammensetzt. Bevor die Extraktionsflüssigkeit die Meßstrecke 28 durchläuft, wird sie zu mehr oder weniger gleichmäßigen Tropfen 8 geformt. Das geschieht mit Hilfe des Tropfenabscheiders 10. Die Tropfen fallen in die trichterförmige Einmündung des Überleitungsrohres 6. Es hat zumindest im Bereich der Meßstrecke 28 einen konstanten Innendurchmesser und ist vorzugsweise wie das übrige System aus Glas gearbeitet. Werden nicht, wie in Fig. 1 dargestellt, die durchfließenden Volumina direkt gemessen, sondern nur als Anzahl der hindurchtretenden Tropfen pro Zeitspanne, entfällt die Forderung nach einem konstanten Innendurchmesser des Überleitungsrohres 6. Um den Bereich der Meßstrecke 28 herum sind 25 die Referenzlichtquellen, Linsen, evtl. Spiegel und Blenden sowie die opto-elektronischen Sensoren angeordnet. Eine vorzugsweise zur Wahl stehende Anordnungsmöglichkeit beschreiben die Fig. 1 und 2. Die durch das Überleitungsrohr 6 hindurchfließenden Tropfen verändern an den Meßstellen die optischen Eigenschaften des Lichtes, das ausgesandt von der Lichtquelle 30 das Überleitungsrohr 6 senkrecht zur Flußrichtung der Tropfen 8 durchstrahlt. Diese Veränderungen werden von den opto-elektronischen Sensoren 7 erfaßt und als elektrische Signale an das Rechenwerk 3 weitergegeben. Dort werden sie verarbeitet und mit einer Zeitbasis, die mit einer Genauigkeit von vorzugsweise zehntausendstel Sekunden arbeitet, in Beziehung gesetzt. Es empfiehlt sich, gleitende Mittelwerte der pro Zeiteinheit durchfließenden Eluatmengen zu bilden und diese mit dem Sollwert vergleichen zu lassen. Die Effektivität der Regelung kann durch eine kontinuierlich durchgeföhrte Zeitreihenanalyse, etwa nach Box/Jenkins, erhöht werden. Damit erhöhen sich allerdings die Anforderungen an das Rechenwerk 3. Wird der Sollwert, der über eine Tastatur in das Rechenwerk eingespeichert werden kann, innerhalb einer vorgeählten Genauigkeit überschritten, so wird ein Signal an das Stellwerk 5 abgegeben, worauf es vorzugsweise über einen Stellmotor die Einstellung der Druckpumpe 19 oder ein Ventil in Richtung eines niedrigeren Unterdruckes verändert. Die Druckminderung erfolgt so lange, bis die gemessene und verrechnete Regelgröße im Bereich der Genauigkeit des Sollwertes liegt. Wird der Genauigkeitsbereich des Sollwertes nach unten hin verlassen, so hat ein Ausgleich der Regelgröße über eine Erhöhung des Unterdruckes zu erfolgen.

Fig. 2 beschreibt den Aufbau der Meßstellen 1. Das Licht der Lichtquelle 30 wird durch die Spaltblende 31 geleitet. Die Länge des Spaltes kann die Länge der Meßstrecke 28 abdecken. Sie kann aber auch an den Stellen, an denen sich keine Photosensoren befinden, unterbrochen sein. Das durch den Spalt hindurchtretende Licht wird durch eine zylindrische Sammellinse 32 gebündelt und als annähernd paralleles Strahlenbündel durch den Querschnitt des Überleitungsrohres 6 gesandt. Die näherungsweise Parallelität der Strahlen des Bündels wird bei seinem Durchgang durch den Rohr-

querschnitt nur unwesentlich verändert. Anders jedoch, wenn der Querschnitt des Rohres innen mit hindurchfließender Flüssigkeit 8 gefüllt ist. Dann werden die Strahlen in eine parallel zur Meßstrecke verlaufenden Knotenlinie fokussiert. Rechts und links der optischen Achse der Knotenlinie, in der sich das Licht konzentriert, ist dann relativ weniger Licht als wenn der Rohrquerschnitt ohne Flüssigkeit das Licht unfokussiert durchläßt. Der hinter der Maske 33 befindliche Photosensor 7 nimmt in diesem Bereich eine Abdunklung wahr und gibt entsprechende Signale an das Rechenwerk.

Die die Länge der Meßstrecke 28 abdeckende Maske 33 enthält jeweils einen waagerechten Schlitz mit Mattscheibe 35 und Zentralblende 34 zu Beginn und zu Ende der Meßstrecke. Auf die Mattscheibe 35 wird das das Passieren von Tropfen anzeigenende Licht, projiziert. Je- weils hinter dem Schlitz zu Beginn und zu Ende der Meßstrecke befindet sich je ein Photosensor 7, der die Helligkeit der Mattscheibenfläche 35 registriert. Damit der Sensor 7 eindeutig auf das Signal "Tropfen im Strahlengang = Licht fokussiert = weniger Licht zu den beiden Seiten der Knotenlinie" reagieren kann, ist der Bereich der Knotenlinie mit Hilfe der Zentralblende 34 auszublenden. Er weist aufgrund der Fokussierung mehr Licht auf, wodurch der Verdunkelungseffekt zu Seiten der Knotenlinie nicht wahrgenommen werden würde. Relative Abdunkelung der Mattscheibenfläche 35 wird somit als Anwesenheit eines passierenden Tropfens 8 im Strahlengang interpretiert.

Als Alternative dazu ist eine Anordnung denkbar, bei der die Anwesenheit eines passierenden Tropfens nicht als eine Abdunklung, sondern als eine Aufhellung des Mattscheibenbereiches angezeigt wird. Hierbei wird nicht der Bereich der Knotenlinie ausgebendet, sondern der Bereich seitlich davon. Auf die Mattscheibe gelangt also das Licht im Bereich der Knotenlinie. Dieser Bereich erfährt aufgrund der Fokussierung eine Aufhellung, sobald ein Tropfen 8 den Strahlengang passiert. Eine solche Methode würde ebenfalls den Charakter der Erfindung nicht verändern.

Fig. 3 zeigt die Reihenfolge der Zustände am Meßort während ein Tropfen 8 die Meßstrecke 28 durchläuft. Der Trigger 2 (Fig. 2) wandelt die Übergänge hell nach dunkel und umgekehrt in Impulse um, die nach dem in Fig. 3e dargestellten Impulsfahrplan Start und Stopp von elektronischen Zeitmeßgeräten in der Recheneinheit auslösen. Zwei Zeitdauern sind zu erfassen: Zum einen die Zeit  $t_1$  für die Zeit, die ein Tropfen benötigt, um an einem der beiden Sensoren vorbeizulaufen. Zum andern die Zeit  $t_2$ , die ein Tropfen benötigt, um mit seiner Front von dem einen zum anderen Sensor zu gelangen. Aus diesen Zeiten vermag das entsprechend programmierte Rechenwerk das Volumen des Tropfens zu errechnen nach der Formel

$$V = \frac{t_1}{t_2} \times s \times \pi \times r^2.$$

Der Trigger 2 (Fig. 2) hat die Funktion die aufgrund von Änderungen der Helligkeit der Flächen 35 ausgelösten Signale der Photosensoren 7 in eindeutige digitale Signale  $I = "1"$  für das Ereignis "Tropfen 8 im Strahlengang" und  $I = "0"$  für das Ereignis "Tropfen 8 nicht im Strahlengang" umzuwandeln. Es entstehen auf diese Weise die entsprechenden intermediären Impulsfahrräume Fig. 3b für den Beginn der Meßstrecke und Fig. 3c für das Ende der Meßstrecke. Diese intermediären Im-

pulse werden vom Trigger 2 erneut umgewandelt in kurzzeitige Impulse nach den Fahrplänen Fig. 3d und Fig. 3e, die in dieser Form an das Rechenwerk 3 weitergeleitet werden.

5 Die Trigger 2 und die Recheneinheit 3 sind aus mehreren Bauteilen auf der Basis integrierter Schaltkreise zusammenzustellen. Entsprechende Systeme sind bekannt.

Das Rechenwerk 3 hat zunächst die Funktion, aus den 10 vom Trigger angelieferten Impulsen (Fig. 3d u. e) die Zeiten  $t_1$  und  $t_2$  mit Hilfe der Zeitbasis 4 (Fig. 1) zu bestimmen. Dieses kann entweder durch separate Stopuhren geschehen, oder durch Differenzbildung

$$t_1 = \text{Zeit (Stop } t_1) - \text{Zeit (Start } t_1)$$

$$t_2 = \text{Zeit (Stop } t_2) - \text{Zeit (Start } t_2).$$

Aus diesen Zeiten vermag das Rechenwerk das Volumen eines Einzeltropfens zu errechnen. Nach jedem 20 Tropfen bleiben die von ihm aus gezählt letzten vorzugsweise 30 Tropenvolumina gespeichert, nebst den zu jedem Tropfen gehörigem Wert  $t_3$ . Dieser ist aus der Differenz

$$t_3 = \text{Zeit (Start } t_1) - \text{Zeit (Start der Extraktion)}$$

zu bilden. Zur gleitenden Speicherung dieser jeweils 30 letzten Wertepaare eignet sich am besten ein Schieberegister: Das Wertepaar des neuen Tropfens nimmt die Speicherzelle des letzten Tropfens ein. Die Werte aller anderen Tropfen rücken jeweils um eine Zelle weiter. Das bis dahin "älteste" Wertepaar wird überschrieben. Der  $n$ -te gleitende Mittelwert, der für jeden neuen ( $n$ -ten) Tropfen neu berechnet wird nach der Formel

$$m_n = \frac{\sum_{i=n}^{n-30} V_i}{t_{3,n} - t_{3,n-30}}$$

35 stellt die Regelgröße dar, die mit dem Sollwert verglichen wird. Die Steuerung des Stellwerkes 5 erfolgt entsprechend dem Ergebnis dieses Vergleiches wie oben beschrieben.

45 Die Messung läßt sich vereinfachen, indem die Flüssigkeitsmenge näherungsweise über die Anzahl der Tropfen erfaßt wird. Dazu genügt einer der beiden Sensoren 7, dessen Signale beim Passieren eines Tropfens vorzugsweise über einen Trigger 2 in Zählimpulse umgewandelt werden. Auch das Registrieren der auftreffenden Tropfen durch ein Mikrofon 35 nach Anspruch 3 ist denkbar. Das Rechenwerk 3 übernimmt zusätzlich die Funktion, die Tropfen zu zählen. Als Regelgröße läßt sich vorzugsweise die Zeit bestimmen, die eine fest 55 Anzahl (vorzugsweise 30) von Tropfen benötigt, um am Sensor 7 vorbeizufließen. Aber auch die Alternative, daß als Regelgröße die Anzahl der Tropfen dient, die in einer fest gewählten Zeitspanne von vorzugsweise 3 Sekunden das Sensorsystem 7 passiert, verändert die Charakter der Erfindung nicht.

60 Die oben beschriebenen Systeme der Regelgrößene fassung setzen voraus, daß die abgesaugten Flüssigkeitsmengen als diskrete Tropfen die Sensorsysteme passieren. Zu diesem Zweck dient der Einsatz des Tropfenformers nach Anspruch 6. Es sind aber auch andere Verfahren bekannt; die die Fließgeschwindigkeit und der Voraussetzung von kontinuierlichen Flüssigkei strömungen messen. Eine Anwendung dieser Verfahr

widerspricht nicht dem Charakter dieser Erfindung. Sie haben jedoch den Nachteil, daß sie bei den bei EUF anfallenden geringen Fließgeschwindigkeiten von 60 bis 70 ml in 30 Minuten bzw. ca. 2 ml/min. mit geringerer Genauigkeit arbeiten. Da der kontinuierliche Flüssigkeitsfaden in einer Kapillare weitergeführt werden müßte, bestünde die Gefahr, daß er abreißt. Das hätte ein Versagen des Regelsystems zur Folge. Den diskreten Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4 ist also der Vorzug zu geben.

Von diskreten Tropfen kann aber abgesehen werden, wenn die Regelgröße nicht, wie in den Ansprüchen 1 bis 4 dargestellt, irgendwo zwischen Membran 29 und Sammelbehälter 17 erfaßt wird, sondern nach Anspruch 5 als Menge der bereits im Sammelbehälter 17 aufgefange- 10  
nen Flüssigkeit. Maß für die pro Zeiteinheit abgesaugten Flüssigkeitsmengen sind die Änderungen des Standes des Flüssigkeitsspiegels in dem Sammelbehälter 17, die innerhalb der Bezugspérioden registriert werden. Er läßt sich mit Hilfe von bekannten Verfahren messen.

Die Form des Sammelbehälters sollte zu diesem Zweck zylindrisch sein, mit leicht trichterförmigem Auslauf zu den Ventilen 22. Je geringer sein Innenradius, um so höher der Behälter, um so größer die erfaßte Genauigkeit. Sammelzylinder mit 2 cm Innendurchmesser erfordern eine Höhe von 20 bis 30 cm. Bei 4 cm genügen 15  
7 bis 10 cm Höhe. Gegenüber dem Verfahren nach Anspruch 5 sind die Verfahren nach den übrigen Ansprüchen jedoch genauer.

Der Charakter der Erfindung besteht in der Regelung 30  
der Durchflußmenge an EUF-Eluat pro Zeiteinheit über den Unterdruck als Stellgröße. Die beschriebenen Systeme sind als Ausführungsbeispiele anzusehen. Die Ausnutzung anderer, bekannter Verfahren zur Regelung der Durchflußmenge verändert ebenfalls den Charakter der Erfindung nicht.

#### Liste der Figuren und Symbole

- Fig. 1 Schematische Übersichtsdarstellung 40
- Fig. 2. Funktionsweise des opto-elektronischen Sensorsystems
- Fig. 2a Perspektivische Darstellung
- Fig. 2b Querschnitt für den Fall, daß kein Tropfen 8 den Strahlengang passiert 45
- Fig. 2c Querschnitt für den Fall, daß sich ein passierender Tropfen 8 im Strahlengang befindet
- Fig. 3 Stadien, die ein Tropfen während eines Passierens der Meßstrecke durchläuft
- Fig. 3a Momentaufnahmen
- Fig. 3b Intermediäres Signal  $I_1$ , dem Sensor 7 zu Beginn der Meßstrecke zuzuordnen
- Fig. 3c Intermediäres Signal  $I_1$ , dem Sensor 7 am Ende der Meßstrecke zuzuordnen
- Fig. 3d Signal  $I_1$  am Ausgang des Triggers 2 zur Erfassung von  $t_1$
- Fig. 3e Signal  $I_1$  am Ausgang des Triggers 2 zur Erfassung von  $t_2$  und  $t_3$

- |   |                                   |    |
|---|-----------------------------------|----|
| 1 | Meßort                            | 60 |
| 2 | Trigger                           |    |
| 3 | Rechenwerk                        |    |
| 4 | Zeitbasis auf $10^{-4}$ sec genau |    |
| 5 | Stellwerk                         |    |
| 6 | Überleitungsrohr                  | 65 |
| 7 | Sensoren                          |    |
| 8 | Tropfen                           |    |
| 9 | Bereits extrahierte Flüssigkeit   |    |

10	Tropfenformer
11	Schraffierter Bereich jenseits der Anode mit Unterdruck
12	Schraffierter Bereich jenseits der Kathode mit Unterdruck
13	Anode
14	Kathode
15	Seitenzelle jenseits Anode
16	Seitenzelle jenseits Kathode
17	Sammelbehälter
18	Einmündung für Unterdruck
19	System zur Erzeugung des Unterdruckes
20	Auffanggefäß
21	Ventile zur Spülung mit Aqua Dest
22	Ventile zur Entleerung der Sammelbirnen
23	Mittelzelle
24	Rührer
25	Einfüllen von Aqua Dest
26	Heizstab
27	Thermosensor
28	Meßstrecke
29	Semipermeable Membran
30	Referenzlichtquelle
31	Spaltblende
32	Zylindrische Sammellinse
33	Maske
34	Zentralblende
35	Mattscheibe
36	Mikrofon
<i>i</i>	Laufender Index
<i>I</i>	Signal
$m_n$	gleitender Mittelwert, dem $n$ -ten Tropfen zuzuordnen, Regelgröße
$r$	Innenradius des Überleitungsrohres 6
$s$	Länge der Meßstrecke 28
$t_1$	Zeit, in der der Tropfen 8 einen der Sensoren 7 passiert
$t_2$	Zeit, in der der Tropfen 8 die Meßstrecke $s$ passiert
$t_3$	Zeitabstand des Tropfendurchlaufs zum Beginn der Extraktion
$V$	Volumen des Tropfens 8
$V_i$	Volumen des $i$ -ten Tropfens

Nummer:  
Int. Cl. 4:  
Anmeldetag:  
Offenlegungstag:

36 32 350  
B 01 D 13/02  
24. September 1986,  
31. März 1988

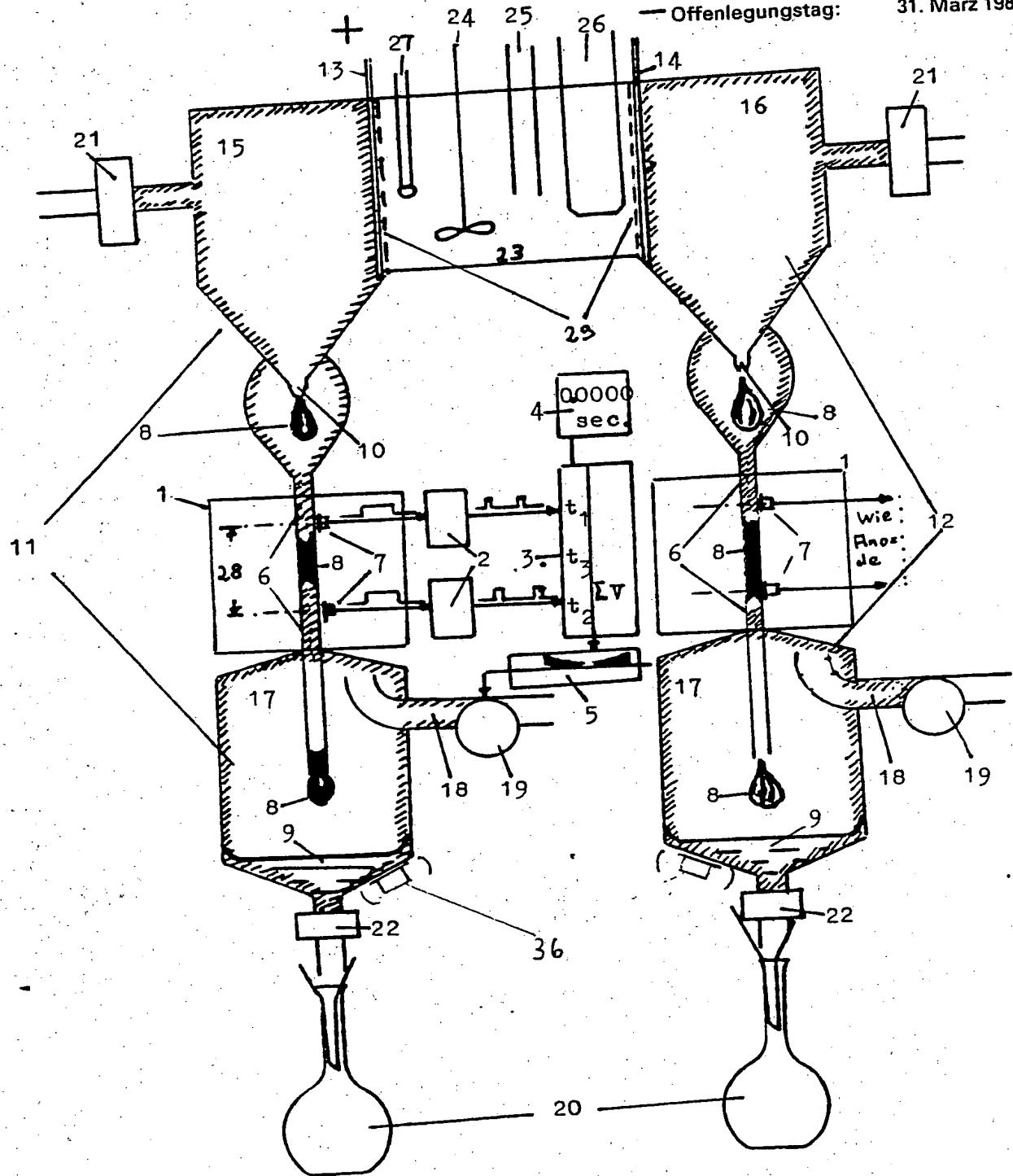
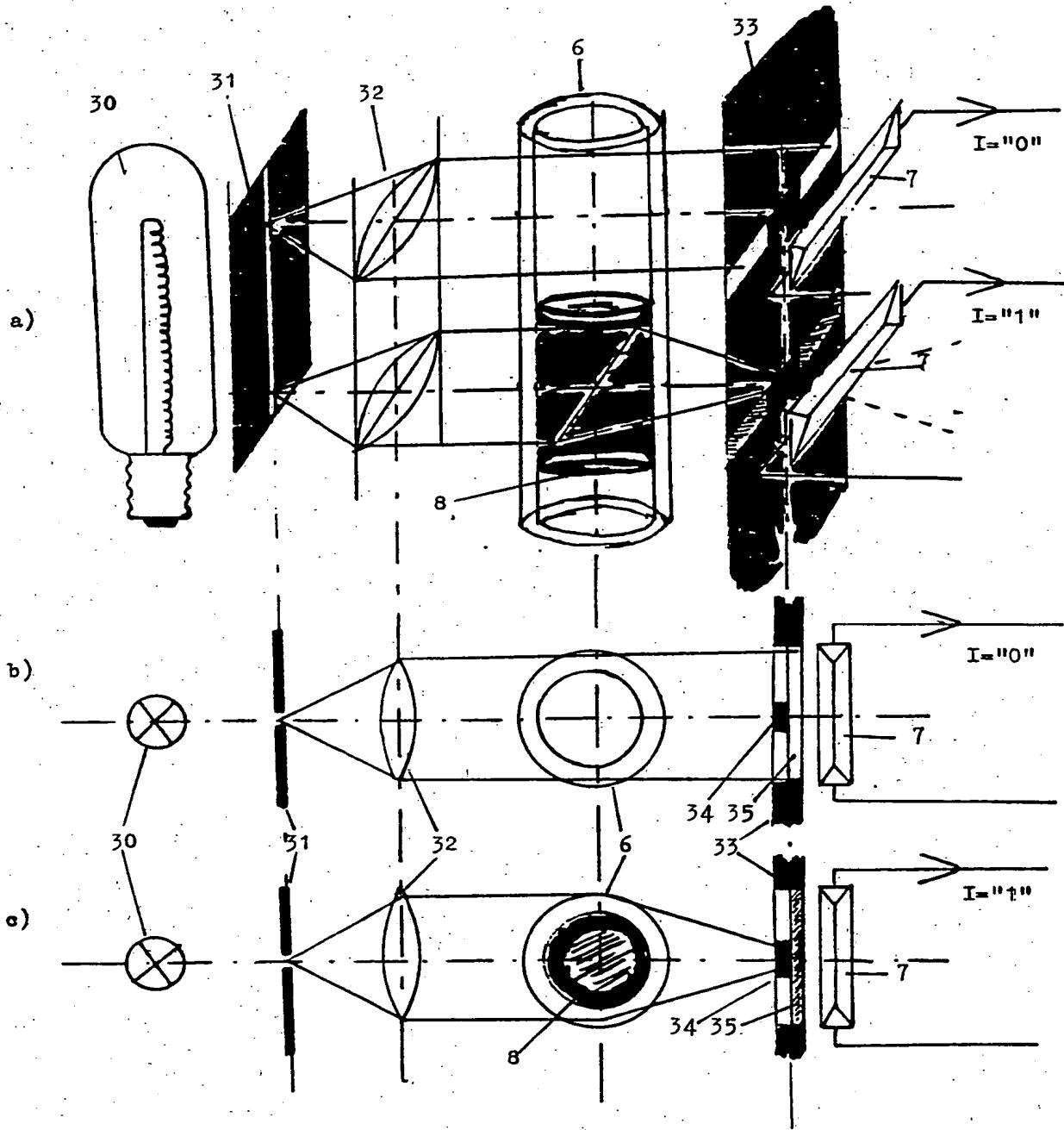


Fig. 1

18/1  
3632350

Fig. 2



3632350

Fig.3

